

**Fertilizers**

(sulfur-coated urea, freeze-coating process for manufg.)

57-13-6, uses and miscellaneous

(coating of, with sulfur, freeze-coating process for)

7704-34-9, uses and miscellaneous

(urea coating with, freeze-coating process for)

L27 ANSWER 27 OF 34 HCA COPYRIGHT 2008 ACS on STN

95:186082 Original Reference No. 95:31051a,31054a Peel-proof sulfur-coated **fertilizers**. (Ube Industries, Ltd., Japan). Jpn. Kokai Tokkyo Koho JP 56109888 19810831 Showa, 10 pp. (Japanese). CODEN: JKXXAF. APPLICATION: JP 1980-9368 19800131.

AB **Fertilizer** particles are coated with a compn. contg. urea [57-13-6] 100, water-sol. inorg. **fertilizers** 0.3-10, aliph. aldehyde and (or) polyvinyl alc. [9002-89-5] 0.05-10 parts and then with S. The product is a controlled-release **fertilizer** free from cracking or peeling of S layer. Thus, a coating compn. contained urea 100, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5, and formaldehyde [50-00-0] 4 parts.

IT 7704-34-9, biological studies

(coating layer of, for **fertilizers**, compn. to prevent cracking and peeling of)

RN 7704-34-9 HCA

CN Sulfur (CA INDEX NAME)

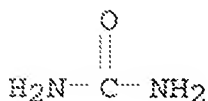
S

IT 57-13-6, biological studies

(coatings contg. sulfur layer and, for **fertilizer** particles)

RN 57-13-6 HCA

CN Urea (CA INDEX NAME)



IC C05G003-00

CC 19-5 (Fertilizers, Soils, and Plant Nutrition)

ST **sulfur coating fertilizer urea**  
formaldehyde

IT **Fertilizers**

(coating for, compn. to prevent peeling of sulfur layer in)

IT Aldehydes, uses and miscellaneous

(aliph., coatings contg. sulfur layer and, for **fertilizer**

## Hit List

First Hit

Clear

Generate Collection

Print

Fwd Refs

Bkwd Refs

Generate OACS

**Search Results - Record(s) 1 through 2 of 2 returned.**

☐ 1. Document ID: JP 56109888 A

L1: Entry 1 of 2

File: JPAB

Aug 31, 1981

PUB-NO: JP356109888A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 56109888 A

TITLE: MANUFACTURE OF SULFURCLAD FERTILIZER

PUBN-DATE: August 31, 1981

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

KOUNO HISASHI

NAKAGAWA RIYOUJI

NAKAI SHIGEYUKI

TAKADA MINORU

HISATOMI KATSUKI

NOMURA TAKASHI

MINEMURA NORIMICHI

SAWADA MORIHIKO

US-CL-CURRENT: 71/64.07

Full	Title	Citation	Front	Review	Classification	Date	Reference	Claims	Draw P
------	-------	----------	-------	--------	----------------	------	-----------	--------	--------

☐ 2. Document ID: JP 56109888 A, JP 85005559 B

L1: Entry 2 of 2

File: DWPI

Aug 31, 1981

DERWENT-ACC-NO: 1981-74998D

DERWENT-WEEK: 198510

COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Sulphur-coated fertiliser mfr. by coating seed fertiliser granules with aq. soln. of urea, fertiliser and aldehyde and melt-spraying with sulphur

## PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

UBE IND LTD

UBEI

PRIORITY-DATA: 1980JP-009368 (January 31, 1980)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
<u>JP 56109888 A</u>	August 31, 1981	JA
<u>JP 85005559 B</u>	February 12, 1985	JA

## APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 56109888A	January 31, 1980	1980JP-009368	

## INT-CL-CURRENT:

TYPE	IPC	DATE
CIPP	<u>C05</u> <u>G</u> <u>3/00</u>	20060101

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 56109888 A

## BASIC-ABSTRACT:

Aq. soln. obtd. by mixing a 50-95 wt.% aq. urea soln. with 0.5-10 pts. wt. (based on 100 pts. wt. urea) a water-soluble fertilizer, e.g. ammonium sulphate, potassium chloride, ammonium chloride, potassium sulphate, ammonium phosphate, calcium chloride, etc., and 0.05-10 pts. wt. (based on 100 pts. wt. urea) aliphatic aldehyde, e.g. formaldehyde, acetaldehyde, propionaldehyde, butylaldehyde, etc. and/or polyvinyl alcohol, is coated on the surfaces of seed fertilizer granules, and then the seed fertilizer granules so coated are further coated with S by a method in which S melted at 125-200 deg.C is sprayed onto the surfaces of the seed fertilizer granules, or other methods.

No sealants, diatomaceous earth, white carbon, etc. are required. Peeling and cracking does not occur in the sulphur coat. The S- coated fertilizer does not float on water surface even when applied in paddy fields, etc.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 56109888 A

## EQUIVALENT-ABSTRACTS:

TITLE-TERMS: SULPHUR COATING FERTILISER MANUFACTURE SEED GRANULE AQUEOUS SOLUTION  
UREA ALDEHYDE MELT SPRAY

DERWENT-CLASS: A97 C04

CPI-CODES: A05-B; A05-B03; A10-E09B; A11-B05D; A12-W04; C04-C03B; C05-A01A; C05-A01B; C05-B02A2; C05-C03; C05-C06; C10-A13C; C10-D01; C12-M11; C12-N09; C12-N10;

## CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M1 \*10\*

Fragmentation Code

H4 H401 H481 H7 H713 H721 M210 M212 M272 M281  
M320 M423 M431 M510 M520 M530 M540 M782 R032 V0  
V743

Chemical Indexing M2 \*01\*

Fragmentation Code

K0 L4 L432 M280 M320 M416 M431 M620 M782 P113  
R032

Chemical Indexing M2 \*02\*

## Fragmentation Code

C108 C316 C500 C540 C730 C801 C802 C804 M411 M431  
M782 P112 R032

## Chemical Indexing M2 \*03\*

## Fragmentation Code

A119 A220 A940 C017 C100 C730 C801 C803 C804 C805  
C806 C807 M411 M431 M782 P112 R032

## Chemical Indexing M2 \*04\*

## Fragmentation Code

C017 C100 C500 C730 C801 C804 C806 C807 M411 M431  
M782 P112 R032

## Chemical Indexing M2 \*05\*

## Fragmentation Code

A119 A940 C108 C316 C540 C730 C801 C802 C803 C804  
C805 M411 M431 M782 P112 R032

## Chemical Indexing M2 \*06\*

## Fragmentation Code

B115 B701 B713 B720 B815 B831 C101 C108 C500 C802  
C804 C807 M411 M431 M782 P112 R032

## Chemical Indexing M2 \*07\*

## Fragmentation Code

J4 J471 M280 M320 M416 M431 M620 M782 R032

## Chemical Indexing M2 \*08\*

## Fragmentation Code

J4 J471 M210 M211 M262 M281 M320 M416 M431 M620  
M782 R032

## Chemical Indexing M2 \*09\*

## Fragmentation Code

J4 J471 M210 M212 M213 M231 M262 M281 M320 M416  
M431 M620 M782 R032

## Chemical Indexing M2 \*11\*

## Fragmentation Code

C116 C810 M411 M431 M782 R032

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 0001U ; 0123U ; 0343U ; 1043U ; 1052U ; 1678U ;  
1725U ; 1731U ; 1773U ; 1786U ; 1842U ; 1895U ; 1947U

## POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0218 0231 1276 1496 1503 1517 1559 1731 2007 2427 2440 2482 2499 2690  
2729

Multipunch Codes: 04- 040 080 139 157 178 180 184 185 186 231 244 245 398 431 445  
466 472 477 611 681 720

Full	Title	Citation	Front	Review	Classification	Date	Reference		Claims	IME	Draw. D
------	-------	----------	-------	--------	----------------	------	-----------	--	--------	-----	---------

Clear	Generate Collection	Print	Fwd Refs	Bkwd Refs	Generate OACS
-------	---------------------	-------	----------	-----------	---------------

Terms	Documents
jp-56109888-\$.did.	2

**Display Format:**

Change Format

[Previous Page](#)

[Next Page](#)

[Go to Doc#](#)

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—109888

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 05 G 3/00

識別記号  
1 0 3

庁内整理番号  
7055—4H

⑭ 公開 昭和56年(1981)8月31日  
発明の数 1  
審査請求 未請求

(全10頁)

⑮ 硫黄被覆肥料の製造方法

宇部市大字小串1978番地の5宇  
部興産株式会社中央研究所内

⑯ 特 願 昭55—9368

⑰ 発 明 者 久富勝機

⑱ 出 願 昭55(1980)1月31日

宇部市大字小串1978番地の5宇  
部興産株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 河野尚志

⑳ 発 明 者 野村隆

宇部市大字小串1978番地の5宇  
部興産株式会社中央研究所内

宇部市大字小串1978番地の5宇  
部興産株式会社中央研究所内

㉑ 発 明 者 中川良二

㉒ 発 明 者 嶺村則道

宇部市大字小串1978番地の5宇  
部興産株式会社中央研究所内

宇部市大字小串1978番地の5宇  
部興産株式会社中央研究所内

㉓ 発 明 者 中井成行

㉔ 出 願 人 宇部興産株式会社

宇部市大字小串1978番地の5宇  
部興産株式会社中央研究所内

宇部市西本町1丁目12番32号

㉕ 発 明 者 高田穰

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

硫黄被覆肥料の製造方法

2. 特許請求の範囲

濃度が50～95重量%の尿素水溶液に、この尿素水溶液中の尿素100重量部当り、水溶性無機質肥料0.5～10重量部と脂肪酸アルデヒドおよび/またはポリビニルアルコール0.05～10重量部とを混合して得られる尿素混合物の溶液を、種肥料粒子に付着させて該粒子を被覆した後、被覆物を硫黄で被覆することを特徴とする硫黄被覆肥料の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、緩効性肥料、詳しくは粒状肥料を硫黄で被覆した硫黄被覆肥料を製造する方法の改良に関するものである。

粒状肥料、例えば粒状尿素を硫黄で被覆して緩効性にした硫黄被覆肥料は、約20年前にアメリカのナッシュー河流域公園(NVA)で開発された。

しかしながら硫黄被覆肥料には、(1)硫黄と肥料

粒子との接着性があまりよくない、(2)肥料粒子を硫黄で完全に被覆するには、硫黄被覆肥料中に占める被覆硫黄量が20～30重量%と多くなり、窒素、リン、カリなどの肥効成分量が少なくなる、(3)輸送、貯蔵などの取扱ひ中に硫黄被膜に亀裂が生じたり、硫黄被膜がハクリしたりして、水中、例えば水田に施肥した場合、肥効成分が早期に溶出してしまい、所期の緩効性が失われやすいだけでなく、残った硫黄殻に気泡が残存して硫黄殻が浮上し、穀が風で水田の片角に吹き寄せられて、あたかも散布むらが生じているかのとき感じを与えたりして、商品価値が劣るなどの難点があつた。

それ故、硫黄被覆肥料の前記難点を改善する方法が種々提案されている。例えば特公昭48-1144号公報、特公昭54-817号公報などでは、粒状肥料を硫黄で被覆した後、被覆物をさらに石油樹脂5～50重量%を含む石油ワックスやワックスと潤滑油との混合物などのシーラント(完封剤)で被覆する方法が提案されている。し

(1)

(2)

かしこの方法では、前記(1)～(4)の諸点は勿論のこと、(3)の諸点についても十分な改善をはかることはできず、またシラントが粘着剤の作用を示すため、シラントでの被覆時および被覆後においても肥料粒子の集塊化が生じやすく、被覆操作が容易でないだけでなく、被覆後にけいそう土、タルク、ホワイトカーボンなどの粉末物質でその表面を再度処理しなければならないという欠点がある。

この発明者らは、シラントを使用せずに、硫黄被覆肥料の前記(1)～(4)の諸点を改善することを目的として鋭意研究を行なつた。

その結果、濃度が50～95重量%の尿素水溶液に、この尿素水溶液中の尿素100重量部当り、水溶性無機質肥料0.5～10重量部と脂肪族アルデヒドおよび／またはポリビニルアルコール0.05～10重量部とを混合して得られる尿素混合物の溶液を使用して、一度肥料粒子を被覆し、前記尿素混合物の被覆層を形成させた後、硫黄で被覆すると、前記目的を達成できる硫黄被覆肥料を製造

(3)

この発明の前記目的は達成できない。

第1図は、硫黄被覆肥料1.5gを30秒の水300cc中に24時間浸漬したときの硫黄被覆肥料中の窒素成分の溶出曲線であり、硫黄被覆肥料中に占める被覆硫黄量(重量%)と窒素成分の溶出率(重量%)との関係を示したものである。

第1図において、曲線Aは、濃度が50重量%の尿素水溶液に、この尿素水溶液中の尿素100重量部当り、硫酸アンモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  5重量部と濃度が35重量%のホルムアルデヒド水溶液をホルムアルデヒド換算で4重量部混合して得られる尿素混合物の溶液を、粒径0.5～1.5mmの尿素粒子(種肥料粒子)に付着させて粒径 $2.33 \sim 4.0 \text{ mm}$ の粒子に造粒して種肥料粒子を被覆した後、被覆物を硫黄で被覆して得たこの発明の方法による硫黄被覆肥料の窒素成分の溶出曲線である。また曲線Bは、硫酸アンモニウムを混合しなかつた場合は、すなわち最初に尿素水溶液とホルムアルデヒド水溶液とを混合した溶液を尿素粒子に付着させて尿素粒子を被覆した場合は、この発

(5)

できることを知り、この発明に到つた。

この発明は、濃度が50～95重量%の尿素水溶液に、この尿素水溶液中の尿素100重量部当り、水溶性無機質肥料0.5～10重量部と脂肪族アルデヒドおよび／またはポリビニルアルコール0.05～10重量部とを混合して得られる尿素混合物の溶液を、種肥料粒子に付着させて該粒子を被覆した後、被覆物を硫黄で被覆することを特徴とする硫黄被覆肥料の製造方法に関するものである。

この発明においては、肥料粒子を硫黄で被覆するに先だつて、前記尿素混合物の溶液を肥料粒子(種肥料粒子)に付着させて肥料粒子を被覆することが特に重要である。

例えば、水溶性無機質肥料が混合されていない溶液、換言すると尿素水溶液と脂肪族アルデヒドおよび／またはポリビニルアルコールとを混合した溶液を肥料粒子に付着させて肥料粒子を被覆した後、硫黄で被覆したのでは、硫黄被覆がハタリしやすく、また第1図からも明らかであるように、

(4)

明の方法と同様にして製造した硫黄被覆肥料の窒素成分の溶出曲線である。また曲線Cは、硫酸アンモニウムおよびホルムアルデヒド水溶液を混合しなかつた場合は、すなわち最初に尿素水溶液を尿素粒子に付着させて尿素粒子を被覆した場合は、この発明の方法と同様にして製造した硫黄被覆肥料の窒素成分の溶出曲線である。

第1図の硫黄被覆肥料中の窒素成分の溶出曲線A～Cから、被覆硫黄量が多くなるにしたがつていずれの硫黄被覆肥料の場合でも窒素成分の溶出が抑制される傾向を示すことがわかるが、この発明の方法による硫黄被覆肥料の場合(曲線A)、曲線Bおよび曲線Cとの比較からも明らかであるように、従来よりも少ない被覆硫黄量で窒素成分の早期溶出を著しく改善できることがわかる。なお硫酸アンモニウムを混合しなかつた硫黄被覆肥料の場合(曲線B)は、硫酸アンモニウムとホルムアルデヒドを混合しなかつた硫黄被覆肥料の場合(曲線C)よりもいくぶん少ない被覆硫黄量で窒素成分の早期溶出をかなり抑制できるが、いま

(6)

だ十分に抑制できるとはいえず、また前記したように収扱い中に硫黄被膜がハクリしやすく、この発明の目的を達成できない。

この発明によると、(1)レーラントや付いそう土、タルク、ホワイトカーボンなどを使用する必要がない、何少ない被覆硫黄量で窒素、リン、カリなどの肥効成分、特に溶出しやすい窒素成分の早期溶出が著しく改善された緩効性の硫黄被覆肥料を容易に製造できる、(2)収扱い中における硫黄被覆の亀裂、ハクリなどが生じ難い硫黄被覆肥料を製造できる、(3)前記尿素混合物の溶液は、その大部分が尿素であるため、種肥料粒子として尿素粒子を使用すると、肥効成分、特に窒素成分量の高い窒素系の硫黄被覆肥料を製造できる、(4)機械的強度が高く、また水田に施肥しても硫黄散が浮上し難い硫黄被覆肥料を製造できるなど従来法では達成できない特長があり、また次に詳記するような利点がある。

この発明において使用する尿素水溶液は、濃度が50～95重量％、好ましくは70～90重量％(7)

できなくなるので適当でない。また使用量が多すぎると、尿素水溶液に均一に溶解、混合させ難くなつたり、窒素成分の含有量が低くなるので適当でない。

水溶性無機質肥料の代表的なものとしては、例えば硫酸アンモニウム、塩化カリウム、塩化アンモニウム、硫酸カリウム、磷酸アンモニウム、塩化カルシウムなどを挙げることができ、これらは多数種使用してもさしつかえない。水溶性無機質肥料のなかでも特にすぐれた効果を示すものは、硫酸アンモニウム、磷酸アンモニウムおよび塩化カリウムである。

またこの発明において使用する脂肪族アルデヒドおよび／またはポリビニルアルコールは、種肥料粒子、なかでも尿素粒子との接着性の改善、尿素粒子および硫黄被覆肥料の機械的強度の向上、硫黄散の浮上防止、肥効成分の溶出量の調節などにおいて重要な役割をはたすが、その使用量は、前記尿素水溶液中の尿素100重量部当り、0.05～10重量部、好ましくは0.1～5重量部が適当(9)

多のものが適当である。濃度が低すぎると、尿素混合物の溶液を使用して種肥料粒子を被覆する際に水分の蒸発に多量の熱を必要とし、被覆効率も低下するので適当でなく、また濃度が高すぎると水溶性無機質肥料を均一に混合し難くなつたり、尿素結晶が析出したり、またビュレーットが生成したりするので適当でない。尿素水溶液は、粉状または粒状の尿素を水に溶解させて前記濃度のものに調整して使用してもよいが、一般には尿素合成装置から得られる濃度70～75重量％のものを直接使用するのが便利である。

またこの発明において使用する水溶性無機質肥料は、水に溶解させて尿素水溶液に混合しても、また溶解させずに粉状のものを直接混合してもよい。水溶性無機質肥料の使用量は、前記尿素水溶液中の尿素100重量部当り、0.5～10重量部、好ましくは1～5重量部が適当である。使用量が少なすぎると、特に硫黄との接着性が悪くなり、硫黄被覆肥料の硫黄被膜の亀裂、ハクリなどが生じやすく、また肥効成分の早期溶出を十分に抑制(8)

である。使用量が少なすぎると、種肥料粒子との接着性が改善されず、また硫黄被覆肥料の見掛密度が小さくなつたり、機械的強度が小さくなつたり、さらには硫黄被覆肥料中に気泡が残存したりして、水田に施肥した場合、硫黄散が浮上しやすい。また使用量が多すぎると、尿素混合物の溶液粘度が高くなつて種肥料粒子の被覆操作が困難になつたり、所期の緩効性が損われたりして、この発明の前記目的を十分に達成できなくなるのであまり適当でない。

この発明において使用する脂肪族アルデヒドとしては、炭素数1～4のホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、ブチルアルデヒドなどが適当であり、これらのアルデヒドのなかでも特にホルムアルデヒドおよびアセトアルデヒドは、水に対する溶解性がすぐれているので水溶液として使用することができ、均一に尿素水溶液と混合することが容易であり、また尿素との反応性もすぐれているので好適である。脂肪族アルデヒドは、一般には脂肪族アルデヒドを25(10)



～85重量%含有する水溶液として使用するの  
がよい。

またこの発明において使用するポリビニルアル  
コールは、水に難溶性のものでよいが、易溶性  
のものの方が尿素水溶液と均一に混合できるので  
好ましく、一般にはポリビニルアルコールの粉末  
を直接尿素水溶液に混合するが、水溶液にして混  
合してもよい。

前記尿素水溶液に水溶性無機質肥料と脂肪族ア  
ルデヒドおよび／またはポリビニルアルコールと  
を混合する際の混合順序は特に制限されず、い  
ずれの順に混合してもさしつかえない。また混合す  
る際の混合温度は、一般には50～120℃が適  
当である。混合によつて得られる尿素混合物の溶  
液は、その大部分は尿素で、その他主として脂肪  
族アルデヒドおよび／またはポリビニルアルコ  
ールおよびこれらと尿素との反応生成物、水溶性無  
機質肥料、水などからなっているが、水の含有量  
が多すぎると種肥料粒子の被覆時に水の蒸発に多  
量の熱を必要とし、また種肥料粒子の被覆処理効

(11)

率に尿素混合物の溶液を噴霧し、該粒子に前記溶  
液を付着させて造粒、乾燥し、該粒子に前記尿素  
混合物の被覆層を形成させる方法をとるのがよい。

この発明において、種肥料粒子の被覆は、前記  
方法で実施できるが、特に好ましい被覆方法とし  
ては、濃度が50～95重量%の尿素水溶液に、  
この尿素水溶液中の尿素100重量部当り、水溶  
性無機質肥料0.5～10重量部と脂肪族アルデヒ  
ドおよび／またはポリビニルアルコール0.05～  
10重量部とを混合して得られる尿素混合物の溶  
液を、種肥料粒子が対流循環運動しながら流動層  
を形成している縦型の流動化容器内に、上記流動  
層の平均温度を50～100℃に保ちながら、不  
活性ガスを用いて流動化容器の底部に設けられ  
たノズルから噴霧して、種肥料粒子に付着させて造  
粒、乾燥し、該粒子に前記尿素混合物の被覆層を  
形成させる方法が好適に採用される。この被覆方  
法によると、特に種肥料粒子に均一な被覆層を形  
成させるのが容易で、機械的強度が高く、見掛け  
度も大きく、また表面に凹凸の少ない球状の被覆

(12)

率も低下するので適当でなく、また水の含有量が  
少なすぎると種肥料粒子の被覆操作に困難を伴う  
ので、尿素混合物の溶液中の水の含有量は、5～  
95重量%、好ましくは10～20重量%に調節  
するのが適当である。

この発明において使用する種肥料粒子は、窒素、  
リン、カリなどの肥効成分を含有するものであれ  
ば従来公知のいずれの粒状肥料でもよく、その代  
表的なものとしては、前記水溶性無機質肥料の粒  
子、尿素粒子などを挙げることができる。種肥料  
粒子として尿素粒子を使用した場合は、特にこの  
発明のすぐれた効果が顕著に発現される。種肥料  
粒子の粒径は、特に制限されないが、一般には  
0.35mm以上、好ましくは0.5～5mmが適当  
である。

種肥料粒子に前記尿素混合物の溶液を付着させ  
て該粒子を被覆する方法としては、一般に従来公  
知の造粒機、例えば転動造粒機、回転ドラム、流  
動層造粒機、噴流層造粒機などを用い、造粒機に  
種肥料粒子を入れて回転または流動化させ、該粒

(13)

子に尿素混合物の溶液を噴霧し、該粒子に前記溶  
液を付着させて造粒、乾燥し、該粒子に前記尿素  
混合物の被覆層を形成させる方法をとるのがよい。

前記好適に採用される被覆方法において、縦型  
の流動化容器としては、特開昭54-117768号  
公報に開示された装置が好適に使用される。尿素  
混合物の溶液は、流動化容器の下部中央に設けら  
れたノズルから不活性ガスを用いて噴霧される。  
ノズルとしては従来公知の噴霧用ノズルをすべて  
使用することができるが、二重管式噴霧ノズルを  
用い、外管から不活性ガスを噴出することによつ  
て尿素混合物の溶液を噴霧させることが好ましい。  
前記溶液の温度は50～120℃であることが好  
ましい。

不活性ガスの具体例としては、空気、窒素ガス、  
炭酸ガス、これらの混合ガスなどが挙げられる。  
不活性ガスは、造粒によつて被覆された被覆物の  
乾燥を実質的に阻害しない程度の水分を含んでい  
てもよい。不活性ガスの噴出圧力は、尿素混合物  
の溶液の分散性および被覆物の流動層内での乾燥  
を良くするという点から、1kg/cm<sup>2</sup> (ゲージ圧)

(14)

以上、特に  $1.5 \text{ kg/cm}$  (ゲージ圧) 以上であることが好ましい。不活性ガスの温度は  $90 \sim 130^\circ\text{C}$  に設定することが好ましい。不活性ガスの温度が過度に低いと、ノズル先端部で尿素混合物の溶液が冷却され、尿素結晶の析出によるノズルの閉塞が生じることがあり、不活性ガスの温度が過度に高いと、尿素の分解によつてビューレットが生成し易くなる。

流動層の平均温度は  $50 \sim 100^\circ\text{C}$ 、好ましくは  $60 \sim 80^\circ\text{C}$  の範囲内に保たれることが重要である。平均温度が  $50^\circ\text{C}$  より低いと、被覆物の乾燥が不十分となり粒子同士の付着によつて大塊が発生し易くなり、平均温度が  $100^\circ\text{C}$  より高いと、被覆物がその中に含まれている微量の水分によつて溶融状態となり流動化容器の内壁へ付着したり、ビューレットが生成したりする。

種肥料粒子の被覆は流動層内でつぎのようにして行なわれる。

尿素混合物の溶液はノズルから噴霧されて液滴となり、この液滴が、対流循環運動をしている流

(15)

流動化容器1の底部には、流動化用ガスの一部を導管2を通じて供給するための逆円錐形の多孔板3、流動化容器1内に供給される全ガスの空塔換算平均ガス流速よりも大きい流速を有する流動化用ガスをガスジェット流として供給するためのガス噴出管4および尿素混合物の溶液を噴霧するための二重管式ノズル5が設けられている。ガス噴出管4内には被覆物を被覆物排出管6に導くための多孔板7が斜めに設けられている。

流動化容器1の上部には種肥料粒子をホッパー8から供給するための供給管9が設けられており、流動化容器1の頂部にはガス排出管10が設けられており、ガス排出管10はサイクロン11に連結している。

種肥料粒子は、ホッパー8からバルブ12、供給管9を経て、あらかじめ流動化用ガスが供給されている流動化容器1内に供給される。流動化用ガスの一部はブロー13から送られ、導管2を通り、逆円錐形の多孔板3を通して流動化容器1内に供給される。ブロー14からはガスジェツ

(17)

動層の上昇流にのつた種肥料粒子と接触し、その表面に付着し、ついで水分の蒸発および尿素混合物の造粒が行なわれ、種肥料粒子に尿素混合物の被覆層が形成される。流動層の界面に向つて上昇した被覆物は、ついで流動化容器の内壁に沿つて下降しつつ十分に乾燥される。この被覆物は再度流動層の上昇流にのり、再び尿素混合物の溶液からなる溶液と接触し、以下液滴および乾燥が繰り返されて、尿素混合物の被覆層が次第に厚くなって、被覆物の粒径は増大していく。種肥料粒子の被覆は回分的に、または連続的に行なうことができる。所定粒径に達した被覆物は、流動化用ガスの流れにさからつて流動化容器の底部に落下してくるので、流動化容器の底部に設けられた被覆物排出管から排出させる。

次に種肥料粒子に尿素混合物の被覆層を形成させ、該粒子を被覆する一実施態様を、第2図に従つて説明する。

第2図は、特開昭54-117768号公報に開示されている流動化容器の断面図である。

(16)

ト流として供給する流動化用ガスの他の一部がガス噴出管4を通り、噴出口15から流動化容器1内に供給される。さらに、ブロー16からは尿素混合物の溶液を噴霧させると同時に流動化用ガスの残部を構成するガスが、二重管式ノズル5の外管5aから流動化容器1内に供給される。

ガス噴出管4から供給される流動化用ガスの流速は全供給ガスの空塔換算平均ガス流速よりも大きいので、流動化容器1内には種肥料粒子が第2図の矢印方向に対流循環運動する流動層が形成される。

別途調製された尿素混合物の溶液は、ポンプ17から二重管式ノズル5の内管5bを通り、外管5aからのガスによつて流動化容器1内の流動層に液滴として噴霧される。

上記液滴は、対流循環運動をしている流動層の上昇流によつて形成される円柱状の液粒ゾーンで種肥料粒子と接触し、ついで水分の蒸発および種肥料粒子を核とした尿素混合物の造粒が行なわれ種肥料粒子に尿素混合物の被覆層が形成され、被

(18)

覆物は、流動層の界面 $L$ に向つて上昇しながら造粒ゾーンの外側にはずれ、造粒ゾーンの外側を下降し、逆円錐形の多孔板3に沿つてガス噴出管4の噴出口15に戻つてくる。この間に被覆物の乾燥が充分に行なわれる。ガス噴出管4の噴出口15に戻つてきた被覆物は、ガスジェット流によつて上昇し、造粒ゾーンにはこぼれ、以下造粒、乾燥が繰返されて、その粒径を増大していく。

ガス噴出管4からのガスジェット流で流動層内に保持することができないまでに成長した被覆物は、ガス噴出管4の噴出口15から多孔板7上に落下し、多孔板7上でさらに分級され、目的とする粒径にまで成長した被覆物だけが、多孔板7から被覆物排出管6に導かれ、排出量調節器18で調節されて排出される。

流動化容器1内に供給された流動化用のガスは、排ガスとしてガス排出管10を通り、同伴される微量の尿素混合物の微粉をサイクロン11で捕集した後、管19から排出される。

この発明において、種肥料粒子に形成させる尿

(19)

や回転ドラムを用いて硫黄被覆する方法による場合よりも均一な硫黄被膜を有する球状の硫黄被覆肥料が得られる。

この発明において、硫黄被覆肥料中に占める被覆硫黄量は特に制限されないが、第1図からも明らかであるように、従来法よりもはるかに少ない被覆硫黄量で所期の目的を達成できる。

次に実施例および比較例を示す。

各例において、流動化容器としては、第2図に示したものと同型式で、次の仕様の装置を使用した。

流動化容器1の内径：203 mm $\phi$

噴出口15から流動化容器1の頂部までの高さ：2600 mm

噴出口15の内径：69.3 mm $\phi$

二重管式ノズル5の外管5aの外径および肉厚：13.8 mm $\phi$  × 2.2 mm

二重管式ノズル5の内管5bの外径および肉厚：8.0 mm $\phi$  × 1.0 mm

逆円錐形の多孔板3の孔数および孔径：1500

(21)

尿素混合物の被覆層の厚さは、例えば尿素混合物の溶液の使用量、ガスジェット流の流速などを表えることによつて、自由に調節できる。種肥料粒子に尿素混合物の被覆層を形成させることによつて、硫黄との接着性は著しく改善され、前記被覆層を形成させた被覆物を硫黄で被覆すると、この発明の目的を達成できる硫黄被覆肥料が得られる。

この発明において、種肥料粒子を尿素混合物で被覆した被覆物は、従来公知の硫黄被覆方法、例えば被覆物を転動造粒機、回転ドラム、流動層造粒機、噴流層造粒機などの造粒機に入れ、被覆物を回転または流動化させながら、被覆物に、125～200℃に加熱熔融した硫黄を噴霧する方法によつて硫黄被覆される。また前記種肥料粒子の被覆に使用する例えば第2図に示した種類の流動化容器を用いて、種肥料粒子のかわりに被覆物を、また尿素混合物の溶液のかわりに125～200℃、好ましくは130～180℃に加熱熔融した硫黄を使用し、種肥料粒子の被覆の場合と同様の方法で被覆物の硫黄被覆を行なうと、転動造粒機

(20)

径×1.2 mm $\phi$

逆円錐形の多孔板3の拡がり角度：90度

多孔板7の形状：1辺が1.1 mmの正方形網目を有する金網

多孔板7の傾斜角：30度

また各例において、種肥料粒子としては、噴霧造粒法で製造した粒径0.5～1.5 mm $\phi$ の尿素粒子を使用した。

また各例において、被覆物の圧縮強度( $R_p$ )は、次のようにして求めた。

粒径2.03～5.35 mm $\phi$ の被覆物を、40℃の温度の真空乾燥機で5時間乾燥した後、圧縮試験機(本機式硬度計)で、無作為に選んだ10粒について1粒毎に圧縮強度を測定し、測定値の算術平均値を圧縮強度とした。

また各例において、24時間後の窒素成分の溶出率(重量%)は、硫黄被覆肥料1.5gを50℃の水300 ml中に24時間浸漬したときに肥料中から水中に溶出した窒素成分であり、また7日後の窒素成分の溶出率(重量%)は、硫黄被覆肥料

(22)

1.5g を30℃の水300ml中に7日間浸漬したとき肥料中から水中に溶出した窒素成分で、いずれの溶出率も次の式で求めた。

$$\text{窒素成分の溶出率(重量\%)} = \frac{\text{溶出した窒素成分の量(g)}}{\text{全窒素成分の量(g)}} \times 100$$

また各例において、浮上した硫黄酸の浮上率例は、前記7日後の窒素成分の溶出率を測定したときに、水面上に浮上していた硫黄酸の浮上率であり、次の式で求めた。

$$\text{硫黄酸の浮上率(例)} = \frac{\text{水面上に浮上していた硫黄酸の数}}{\text{試料硫黄被覆肥料粒子の数}} \times 100$$

また各例において、硫黄被覆肥料の被覆硫黄量(重量%)は、硫黄被覆肥料100g中に占める被覆硫黄量である。

また硫黄被覆肥料の硫黄被膜の被膜強度試験前後の窒素成分の溶出変化率例は、次のようにして求めた。

硫黄被覆料(粒子)100gを内径70mm、長さ200mmのステンレス製パイプ中に封入し、パイプの長手方向に粒子が往復運動するように30

(23)

アルデヒドは濃度35重量%の水溶液として使用し、またポリビニルアルコールは重合度500の水に易溶性のものをそのまま使用した。

流動化容器1の逆円錐形の多孔板5を通して流動化用ガスの一部となる空気(以下、流動化用ガスIという)を、またガスジェット流として噴出口15から流動化用ガスの他の一部となる空気(以下、流動化用ガスIIという)を流動化容器1内に供給した後、種肥料粒子をホッパー8から供給して流動化させ、種肥料粒子が対流循環運動している流動層を形成させた。

噴出口15から30mm垂直に流動化容器1内に突出して設けられている二重管式ノズル5の外管5aから流動化用ガスの残部となる噴霧用ガスを供給し、内管5bから前記尿素混合物の溶液を供給噴霧して種肥料粒子に付着させ、尿素混合物の造粒、乾燥を行ない、種肥料粒子に尿素混合物の被覆層を形成させた。被覆されて粒径が大きくなった被覆物は、被覆物排出管6から連続的に排出させた。

(25)

rpmの回転速度で1時間パイプを回転させた後、粒子をとりだし、前記と同様の方法で窒素成分の溶出率を測定して求め、被膜強度試験前の窒素成分の溶出率とから次の式によつて、24時間後および7日後の溶出変化率を求めた。

$$\text{溶出変化率(例)} = \frac{\text{被膜強度試験後の溶出率} - \text{試験前の溶出率}}{1 - \text{試験前の溶出率}} \times 100$$

なお、第1表および第3表において、硫酸アンモニウムは硫安、塩化カリウムは塩化カリ、磷酸アンモニウムはリン安、ホルムアルデヒドはFA、アセトアルデヒドはAAおよびポリビニルアルコールはPVAと略記した。

実施例1～6

(種肥料粒子の被覆)

第1表に記載の濃度の尿素水溶液に、この尿素水溶液中の尿素100重量部当り、第1表に記載の水溶性無機質肥料と脂肪族アルデヒドおよび/またはポリビニルアルコールとを65℃で混合して尿素混合物の溶液を調製した。なお水溶性無機質肥料はいずれも粉末状のものを使用し、脂肪族

(24)

種肥料粒子の被覆操作条件および結果は第1表に示す。

(被覆物の硫黄被覆)

流動化容器1の逆円錐形の多孔板5を通して流動化用ガスの一部となる空気(以下、流動化用ガスIIIという)を、またガスジェット流として噴出口15から流動化用ガスの他の一部となる空気(以下、流動化用ガスIVという)を流動化容器1内に供給した後、前記方法で得られた粒径の大きな被覆物の一部をホッパー8から供給して流動化させ、被覆物が対流循環運動している流動層を形成させた。

噴出口15から30mm垂直に流動化容器1内に突出して設けられている二重管式ノズル5の外管5aから流動化用ガスの残部となる噴霧用ガスを供給し、内管5bから加熱溶解した硫黄を第2表に記載の時間供給噴霧した後、硫黄の供給を中止して被覆物排出管6から硫黄被覆された被覆物、すなわち硫黄被覆肥料をとりだした。

被覆物の硫黄被覆操作条件および各種試験結果

(26)

我 之 家

実 験 例		1	2	3	4	5	6	
液體物の腐黄液覆操作条件	被 覆 物	供給量 (kg)	5	5	9	6	5	5
		平均径 (mm)	3.4	3.4	3.4	2.2	3.4	3.4
	腐 黄	供給量 (kg/hr)	3.69	3.50	2.92	3.19	3.29	3.69
		供給時間 (min)	9	14	23	18	14	15
	腐黄温度 (°C)	155	155	155	156	156	153	
		流動化用ガス量	供給量 (Nl/sec)	32.2	32.2	35.8	31.7	33.7
	流動化用ガス量	温度 (°C)	55	55	52	63	61	52
		供給量 (Nl/sec)	19.1	19.1	19.4	19.7	19.3	19.3
	噴霧用ガス	温度 (°C)	105	114	113	103	109	109
		種類	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
腐黄液覆肥料	噴霧用ガス	供給量 (Nl/sec)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
		温度 (°C)	150	152	152	151	151	150
	全ガスの空塔速度	平均ガス流速 (m/sec)	2.66	2.57	2.12	1.98	2.12	2.09
		腐黄液内平均流速 (°C)	72	74	70	70	70	70
	被 覆 液 重 量 (重量%)	9.6	12.3	19.2	13.6	13.2	12.7	
		平均粒径 (mm)	3.4	3.4	3.4	2.2	3.4	3.4
	腐黄成分の溶出変化率 (%)	24時間後	4.6	4.3	3.9	0	1.2	4.0
		7日後	6.0	5.6	4.0	0	3.1	4.6
	全腐黄成分量 (重量%)	40.1	38.0	39.7	37.5	38.3	38.2	
		24時間後	13.5	9.0	12.4	21.7	11.0	4.9
腐黄成分の溶出率 (重量%)	7日後	31.0	21.6	30.8	51.2	34.7	19.6	
	母上した腐黄液の母上率 (%)	0	0	0	0	0	0	

卷一

実 施 例		1	2	3	4	5	6
原薬水溶液の濃度 (重量%)		87	88	87	87	88	87
機 能 材 料 粒 子 の 被 覆 操 作 条 件	原薬水溶液に混合した 水溶性無機栄養肥料の種 類と量 (重量部)	硫酸 5	塩化 カル 5	硫酸 5	硫酸・3 リン安 1	リン安 1.5	硫酸 5
	原薬水溶液に混合したAA, F4および/または FVAの量 (重量部)	F4:4	PA:3	PA:4	PA:5	FVA: 0.2	FA:2
	機能材料粒子の供給量 (kg/hr)	8.8	7.3	5.7	5.6	5.2	7.0
	原薬混合物の供給 供給量 (kg/hr)	35.8	51.3	43.8	51.5	43.8	43.9
	温度 (℃)	110	108	108	112	110	108
	流動化用ガスⅠ 供給量 (NL/sec)	25.6	25.6	25.6	23.5	26.6	25.7
	温度 (℃)	95	98	98	98	90	97
	流動化用ガスⅡ 供給量 (NL/sec)	27.1	27.1	27.3	27.6	27.7	27.4
	温度 (℃)	95	97	92	92	83	90
	噴霧用ガス 供給量 (NL/sec)	3.4	3.7	3.6	2.0	1.6	1.6
温度 (℃)	100	100	100	100	100	100	
全ガスの空塔流量平均ガス速度 (m/sec)		2.38	2.08	2.09	2.03	2.15	2.12
流動槽内平均温度 (℃)		68	66	67	63	71	70
流動槽内粒子平均ホルムアルデヒド量 (kg)		15.3	14.6	15.3	15.9	13.6	13.9
衣 覆 物	平均粒径 (mm)	3.8 <sup>a</sup>	3.95	3.80	3.46	3.29	2.83
	表層密度 (g/cm <sup>3</sup> )	0.87	0.80	0.82	0.83	0.77	0.78
	仕舞密度 (kg)	4.0	3.9	4.5	4.2	4.3	4.4
	形 状	球状	球状	球状	球状	球状	球状

88888888 - 10999999

比較例：〜  
 複肥料穀子の複肥施用条件および複肥割合の改良  
 複肥施用条件を調ひ、表および第 4 表に記載のよ  
 りにかゝり、表 4 例 1 と同様複肥の改良割合を二た  
 らす。得られた複肥物の改良複肥を行つた。  
 結果は第 5 表および第 6 表に示す。





第1頁の続き

②発明者 沢田守彦  
 宇部市大字小串1978番地の5字  
 部興産株式会社中央研究所内

第2図

